

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-212858

(43)Date of publication of application : 15.08.1997

(51)Int.Cl.

G11B 5/84
C23C 14/48
C23C 14/56
G11B 5/72
G11B 5/85

(21)Application number : 08-017400

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 02.02.1996

(72)Inventor : YOSHIDA OSAMU

MIZUNOYA HIROHIDE

SHIGA AKIRA

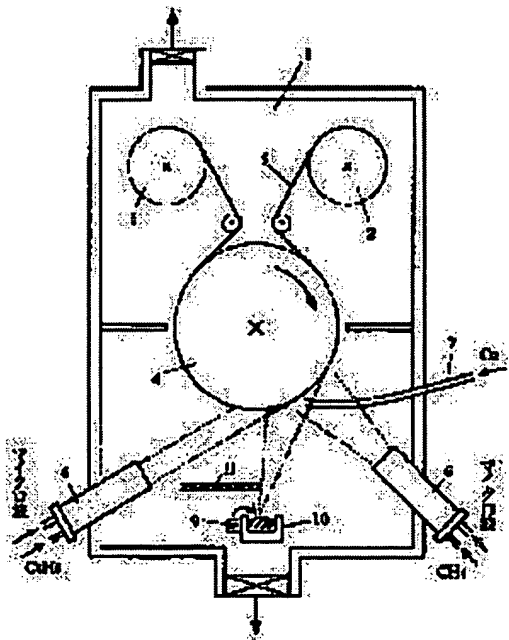
BEST AVAILABLE COPY

(54) PRODUCTION OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND PRODUCING DEVICE THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the durability and corrosion resistance of a magnetic recording medium having an iron-carbon-oxygen-based magnetic layer by partially overlapping the last part of a process to form a magnetic layer and the initial part of a process to form a protective layer.

SOLUTION: A gas as the carbon source such as methane is supplied to an ECR plasma CVD device 6 to produce a carbon ion, which is supplied to a sputtering region to form a Fe-C-O-based magnetic layer on a film. In this process, a gas as a carbon source is supplied from an ECR plasma CVD device 8 as a second carbon ion supply source to produce a carbon ion. A part of the carbon ion is supplied to overlap the last stage of vapor deposition of the magnetic layer (namely, the last part of the process to form the magnetic layer). Thereby, the obtd. magnetic recording medium has a mixed state of the magnetic layer and the protective layer.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] On the base material which moves in the inside of a vacuum ambient atmosphere, with ion assistant vacuum deposition In the manufacture approach of a magnetic-recording medium including the process which forms the magnetic layer which contains iron, carbon, and oxygen as a principal component, and the process which irradiates carbon ion subsequently to this magnetic layer front face, and forms a carbon system protective layer on this magnetic layer The manufacture approach of the magnetic-recording medium by which it is overlapping [the start of the end of the formation process of said magnetic layer and the formation process of said protective layer]-partially characterized.

[Claim 2] (1) A vacuum chamber and (2) The can roll which has been arranged in this vacuum chamber and which conveys a base material, (3) A vacuum evaporatio means to form an iron vacuum evaporatio field between the base materials which it is arranged [base materials] under this can roll and have said can roll top conveyed, (4) The first carbon ion supply means which supplies carbon ion all over said vacuum evaporatio field, (5) Oxygen gas installation tubing which supplies oxygen gas all over said vacuum evaporatio field, and (6) Between the base materials which have said can roll top conveyed in the conveyance path of a base material It has the second carbon ion supply means arranged so that a carbon ion irradiation field may be formed by the downstream rather than the vacuum evaporatio field of said iron. Said second carbon ion supply means The manufacturing installation of the magnetic-recording medium characterized by being arranged so that said carbon ion irradiation field may overlap said vacuum evaporatio field and partial target.

[Claim 3] The said first and second carbon ion supply means is ECR. Manufacturing installation according to claim 2 which consists of plasma-CVD equipment.

[Claim 4] The manufacturing installation according to claim 2 or 3 to which said vacuum evaporatio means contains the electron beam generator for irradiating an electron beam in the iron in the hold container of the iron which is carrying out opening to said cooling can roll, and this hold container.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of a magnetic-recording medium, and its manufacturing installation. It is related with the manufacturing installation used for the manufacture approach of the magnetic-recording medium of a metal thin film mold and it which have a magnetic layer containing iron, carbon, and oxygen in more detail.

[0002]

[Description of the Prior Art] The metal thin film mold tape which forms the magnetic layer which consists of a metal thin film which does not contain a binder at all on a nonmagnetic base material by the wet galvanizing methods made the binder distribute magnetic powder on the film which is a nonmagnetic base material, such as the dry type galvanizing methods, such as a spreading mold tape which comes to apply a magnetic coating, vacuum evaporation technique and the sputtering method, and the ion plating method, and nonelectrolytic plating, is in a magnetic-recording medium, for example, a magnetic tape. And magnetic recording in recent years occurs towards the formation of high density record, and since a metal thin film mold tape does not contain a binder in a magnetic layer and it has the consistency of a magnetic material raised, it is made promising for high density record by it.

[0003] By the way, as a magnetic material for magnetic layers formed on a nonmagnetic base material with a vacuum deposition method etc., the ferromagnetic alloy of Co system, a Co-nickel system, and a Co-Cr system is used by the former. However, the pollution problem also has Co, nickel, and Cr in the top where both prices are high. Although a price is [this point and Fe (metal iron)] satisfactory also in the safety of a public nuisance at a low price, low [coercive force indispensable to high recording density], there is a fault that corrosion resistance is low and a charge of magnetic layer material replaced with a Co-nickel system, a Co-Cr system, and Fe is desired. In addition, in order to raise recording density, the contact relative velocity of a tape and a head tends to become quick. However, in the present condition, sufficiently satisfying endurance is not acquired about the magnetic layer of a metal thin film mold.

[0004] It is Fe-C-O by the vacuum deposition by the so-called ion assistance which sets the subject of the metal which constitutes a magnetic layer to Fe anxious about environmental pollution which is not by the low price from such a situation, ionizes gas and these mixed gas, such as oxygen, nitrogen, a carbon dioxide, and methane, and irradiates during vacuum evaporation of Fe in order to form the magnetic layer which has corrosion resistance. A system and Fe-N-O To form magnetic films, such as a system, is try.

[0005] Moreover, endurance and its corrosion resistance being bad if the magnetic layer of a metal thin film mold remains as it is, since the metal has only adhered to the base material, applying lubricant in order to improve this, or preparing a nonmagnetic protective layer is performed. Especially as a protective layer, forming carbon system protective layers, such as diamond-like carbon, attracts attention.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, also although it is called the magnetic layer which the use under severer conditions was made and was formed by the above ion assisting methods, sufficient endurance may not be attained by the end of today. Moreover, even when carbon system protective layers, such as diamond-like carbon, are formed, adhesion with a magnetic layer may become inadequate and the expected improvement effectiveness in endurance may not be acquired. Then, especially this invention aims at raising further the endurance of the magnetic-recording medium which has the magnetic layer formed by the ion assisting method.

[0007]

[Means for Solving the Problem] this invention persons came to complete a header and this invention for the endurance of a magnetic-recording medium becoming better by forming a carbon system protective layer by the specific approach on the magnetic layer of the iron formed of ion assistant vacuum evaporatio, carbon, and an oxygen system.

[0008] This invention on the base material which moves in the inside of a vacuum ambient atmosphere namely, with ion assistant vacuum deposition In the manufacture approach of a magnetic-recording medium including the process which forms the magnetic layer which contains iron, carbon, and oxygen as a principal component, and the process which irradiates carbon ion subsequently to this magnetic layer front face, and forms a carbon system protective layer on this magnetic layer The manufacture approach of the magnetic-recording medium by which it is overlapping [the start of the end of the formation process of said magnetic layer and the formation process of said protective layer]-partially characterized is offered. Here, though other elements are included excluding any elements other than these three at all saying "let iron, carbon, and oxygen be principal components", that amount is a minute amount very much, and it means that it is the concentration of extent which does not influence this invention expected effectiveness.

[0009] Moreover, this invention is (1). A vacuum chamber and (2) The can roll which has been arranged in this vacuum chamber and which conveys a base material, (3) A vacuum evaporatio means to form an iron vacuum evaporatio field between the base materials which it is arranged [base materials] under this can roll and have said can roll top conveyed, (4) The first carbon ion supply means which supplies carbon ion all over said vacuum evaporatio field, (5) Oxygen gas installation tubing which supplies oxygen gas all over said vacuum evaporatio field, and (6) Between the base materials which have said can roll top conveyed in the conveyance path of a base material It has the second carbon ion supply means arranged so that a carbon ion irradiation field may be formed by the downstream rather than the vacuum evaporatio field of said iron. Said second carbon ion supply means The manufacturing installation of the magnetic-recording medium characterized by being arranged so that said carbon ion irradiation field may overlap said vacuum evaporatio field and partial target is offered. Below, this invention is explained.

[0010] The [manufacture approach of this invention] The manufacture approach of this invention is Fe-C-O by the so-called ion assistant vacuum deposition in a vacuum ambient atmosphere. A system magnetic layer is formed, subsequently to this magnetic layer front face carbon ion is irradiated, a carbon system protective layer is formed on this magnetic layer, and it considers as the overlapping [the start of the end of the formation process of a magnetic layer and the formation process of a protective layer]-partially description. A magnetic layer and a protective layer are formed in the same vacuum.

[0011] [Manufacturing installation of this invention] In this invention, a magnetic-recording medium is manufactured by the equipment possessing the carbon ion supply means for ion assistant vacuum evaporatio, the carbon ion supply means for protection stratification, and the oxygen gas installation means used if needed.

[0012] Namely, (1) A vacuum chamber and (2) The can roll which has been arranged in this vacuum chamber and which conveys a base material, (3) A vacuum evaporatio means to form an iron vacuum evaporatio field between the base materials which it is arranged [base materials] under this can roll and have said can roll top conveyed, (4) The first carbon ion supply means which supplies carbon ion all over said vacuum evaporatio field, (5) Oxygen gas installation tubing which supplies oxygen gas all over said vacuum evaporatio field, and (6) Between the base materials which have said can roll top

conveyed in the conveyance path of a base material. It has the second carbon ion supply means arranged so that a carbon ion irradiation field may be formed by the downstream rather than the vacuum evaporation field of said iron. Said second carbon ion supply means. It is the manufacturing installation of the magnetic-recording medium characterized by being arranged so that said carbon ion irradiation field may overlap said vacuum evaporation field and partial target. The first and second carbon ion supply means is ECR. Plasma CVD Equipment is desirable.

[0013] A vacuum evaporation means can contain the electron beam generator for irradiating an electron beam in the iron in the hold container (for example, crucible) of the iron which is carrying out opening to the cooling can roll, and this hold container.

[0014] According to the manufacturing installation of this invention, from the first carbon ion supply means, it is Fe-C-O. Although the carbon ion for forming a system magnetic layer is supplied and the carbon ion for forming a carbon system protective layer is supplied from the second carbon ion supply means. The second carbon ion supply means is arranged so that the carbon ion irradiation field formed by the second carbon ion supply means concerned may overlap an iron vacuum evaporation field and an iron partial target.

[0015] Moreover, this equipment can possess the shield which regulates a vacuum evaporation field, and the component which applied to well-known ion assistant vacuum evaporation equipments, such as a **** roll, a winding roll, etc. of a base material, correspondingly as a conveyance means.

[0016]

[Embodiment of the Invention] It is characterized by for said magnetic layer and said protective layer to have united the magnetic recording medium of this invention manufactured by above approach and equipment through the transition region with a thickness of 30-50Å where carbon concentration changes gradually in the magnetic recording medium which has a base material, the magnetic layer which contains the iron, the carbon, and the oxygen which were formed on this base material as principal components, and the carbon system protective layer formed on this magnetic layer.

[0017] The magnetic-recording medium of this invention is Fe-C-O. The system magnetic layer and the carbon system protective layer have united through a transition region. Although there is no clear boundary of a magnetic layer and a carbon system protective layer, the magnetic-recording medium of this invention is characterized by both layers having united through the transition region with a thickness of 30-50Å where carbon concentration changes gradually, its binding property of a magnetic layer and a carbon system protective layer improves by this, and its endurance of a magnetic-recording medium improves more. It sets to the magnetic-recording medium of this invention, and is Fe-C-O first. All over the transition region to the protective coat out of a system magnetic layer, it takes toward a surface (it keeps away from a base material), and increases gradually, carbon concentration becomes fixed as a surface is approached, and carbon concentration serves as a thin film which makes carbon a subject, and can function as a protective layer.

[0018] Fe-C-O The thickness of a system magnetic layer has desirable 200 - 10000 **, and it is 400-4000Å more preferably. Moreover, Fe in this magnetic layer, C, and O Concentration (atomic %) is Fe:C:O. It is the range of O=50-90:3-40:3-40. Moreover, carbon system protection layer thickness has desirable 20 - 200 **, and it is 50-150 ** more preferably.

[0019] Drawing 1 explains the manufacture approach of the magnetic-recording medium of this invention. For a **** roll and 3, as for a cooling can roll and 5, a winding roll and 4 are [one / a vacuum chamber and 2 / a film and 6] shields for an electron gun and 10 to regulate a crucible and for the second carbon ion supply means and 9 regulate [the first carbon ion supply means and 7] the vacuum evaporation range of a film 5 in oxygen installation tubing and 8, as for 11 among drawing 1. The vacua is maintained in the vacuum chamber 1 by the vacuum system which is not illustrated. A film 5 is rolled round by the winding roll 3 through the cylinder-like can roll 4 from the **** roll 2. Under the can roll 4, a crucible (for example, MgO make) 10 is placed, iron (for example, purity 99.95% of Fe) is held into this, and an electron beam is irradiated from an electron gun 9 to Fe side in this crucible 10. Thereby, the heating evaporation of the Fe is carried out. At the time of vacuum evaporation of Fe, the first carbon ion source of supply 6 is arranged so that carbon ion may be perpendicularly irradiated to

the vacuum evaporation side of a film 5. At drawing 1, it is ECR as a carbon ion supply means. Plasma CVD Equipment is used. ECR Plasma CVD Equipment is equipment which impresses microwave to material gas, plasma-izes gas, is made to generate active species (ion, radical), and forms a thin film in the specified substance, and can be used also as an ion gun. This ECR Plasma CVD The gas used as a carbon source, for example, methane etc., is supplied to equipment 6, and carbon ion is made to generate, and this is supplied in a vacuum evaporation field, and oxygen gas is supplied in a vacuum evaporation field from the oxygen gas installation tubing 7, and it is Fe-C-O on a film. A system magnetic layer is formed. ECR which is the second carbon ion source of supply in that case Plasma CVD The gas which serves as a carbon source like the above with equipment 8 is supplied, it produces and cheats out of carbon ion, and some carbon ion is supplied so that the vacuum evaporation end-of-region rate (namely, end of the formation process of a magnetic layer) of said magnetic layer may be overlapped partially. The magnetic-recording medium which the magnetic layer which is the description of this invention, and the protective layer united by this is obtained.

[0020] Polyester like polyethylene terephthalate and polyethylenenaphthalate as an ingredient of a base material; they are polyolefines, such as polyethylene and polypropylene.; Cellulosic; polycarbonate; polyvinyl chloride; polyimide, such as cellulose triacetate and cellulose diacetate; plastics, such as aromatic polyamide, etc. is used. The thickness of these base materials is about 3-50 micrometers.

[0021] It is the thickness which uses carbon black as a principal component further in the field where it is desirable to form the lubricating layer which consists of fluorine system lubricant, such as a lubricating layer with a thickness of about 2-50A, especially a perfluoro polyether, on a carbon system protective layer, and it is opposite to the field in which a magnetic layer is formed. An about 0.1-1.0-micrometer back coat layer etc. may be prepared. A well-known thing can use conventionally the raw material which forms these layers suitably. Moreover, a back coat layer may make metals, such as a Cu Al alloy, vapor-deposit, and may be formed.

[0022]

[Example] Although an example explains this invention below, this invention is not limited to these examples.

[0023] Example 1 (1) Manufacture PET of a magnetic-recording medium On a film, it is Fe-C-O. The magnetic layer of a system was formed, the carbon system protective layer, the lubricating layer, and the back coat layer were formed further, and the magnetic film was manufactured. The formation conditions of each class etc. are as follows. It is PET with a thickness of 6 micrometers to the ion assistant slanting vacuum evaporation equipment shown in drawing 1. Setting a film 5 and making it run at the rate of per minute 2m An electron gun 8 is operated, the iron in a crucible (output of 30kW) 10 is evaporated, and it is PET. While making an iron grain child vapor-deposit on a film 5 ECR which has the magnetic field of 875G in the interior Plasma CVD To equipment 6, 400W, 2.45GHz Introduce microwave and methane is supplied to this equipment 6 (flow rate 40SCCM). Carbon ion is made to generate and it is PET. Carbon ion is irradiated towards the iron vacuum evaporation field of a film 5, and an iron vacuum evaporation field is made to carry out aeration (flow rate 20SCCM) of the oxygen gas more nearly further than the oxygen gas installation tubing 7. Moreover, it has the magnetic field of 875G in the interior. ECR plasma CVD To equipment 8, they are 600W and 2.45GHz. Introduced microwave, and supplied benzene to this equipment 8 (flow rate 15SCCM), and carbon ion was made to generate, and it irradiated so that some carbon ion might be supplied to the part of an iron vacuum evaporation end-of-region rate (end of the formation process of a magnetic layer). Thus, Fe-C-O The thin film which the system magnetic layer and the carbon system protective layer united through the transition region was formed.

[0024] Then, with the die coating method, applied the coating which it diluted [coating] and distributed the perfluoro polyether (FOMBLIN Z DOL, product made from MONTEKACHINI) so that it might become a fluorine system inactive liquid (FURORINATO FC-77, Sumitomo 3M, Inc. make) with 0.05 % of the weight on the protective layer so that desiccation thickness might become 15A, and it was made to dry by 105 **, and the lubricating layer was formed. Moreover, PET It is desiccation thickness 0.5 by the die coating method about the coating for back coats which makes a field opposite to the

magnetic layer side of a film come to distribute carbon black of 10-20nm of mean diameters in the binder resin of an urethane prepolymer and vinyl chloride system resin. It applied so that it might be set to mum, and it dried, and the back coat layer was formed. By the above, it is Fe-C-O. The film with which the system magnetic layer, the protective layer, the lubricant layer, and the back coat layer were formed is cut out to 8mm width of face, and it is 8mmVTR. The ** cassette case was loaded and 8mm video tape was obtained.

[0025] (2) About 8mm video tape obtained by the performance-evaluation above, the still endurance and corrosion resistance were evaluated by the following approaches. The result is shown in Table 1. In addition, the thickness (overall thickness on a base film), coercive force, and saturation magnetic flux density of this magnetic tape were shown in Table 2.

** Still endurance still endurance is commercial high band 8mmVTR. It converts and is 10MHz. The fall (dB) of the output when comparing, before and after outputting for trial still playback mode 10 hours estimated.

** The rate of degradation (%) of the saturation magnetic flux density (Bs) after saving 8mm video tape for one week under the conditions of 60 degrees C and 90%RH estimated corrosion-resistant corrosion resistance.

[0026] ECR which is the second carbon ion supply means in example of comparison 1 example 1 Plasma CVD It is PET like an example 1, without operating equipment 8. It is Fe-C-O on a film. The system magnetic layer was formed. Subsequently, it is ECR of drawing 2 on this magnetic layer. Plasma CVD To equipment (internal magnetic field 875G) 8', they are 600W and 2.45GHz. Introduced microwave, and supplied benzene to this equipment (flow rate 15SCCM), carbon ion was made to generate, and the carbon system protective layer was formed on the magnetic layer. Others manufactured the magnetic film like the example 1, and performed the same evaluation as an example 1. The result is shown in Table 1. In addition, the thickness (overall thickness on a base film), coercive force, and saturation magnetic flux density of this magnetic tape were shown in Table 2.

[0027]

[Table 1]

	Δ _{dB} 耐食性	耐食性
実施例 1	-0.1 dB	2 %
比較例 1	-6.0 dB	5 %

[0028]

[Table 2]

	膜 厚 (Å)	保磁力 (Oe)	飽和磁束密度 (G)
実施例 1	1850	1580	6500
比較例 1	1870	1590	6300

[0029] As for the above-mentioned result, the magnetic tape of magnetic properties of the example 1 of a comparison is almost equivalent, and the magnetic tape of an example 1 also shows that endurance and corrosion resistance are improving more in the example 1.

[0030]

[Effect of the Invention] According to this invention, the endurance of a magnetic-recording medium and corrosion resistance which have the magnetic layer of an iron-carbon-oxygen system improve.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-212858

(43) 公開日 平成9年(1997)8月15日

(51) Int.Cl. ⁹	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B	5/84		G 1 1 B 5/84	B
C 2 3 C	14/48		C 2 3 C 14/48	D
	14/56		14/56	K
G 1 1 B	5/72		G 1 1 B 5/72	
	5/85		5/85	Z
審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)				

(21) 出願番号 特願平8-17400

(22) 出願日 平成8年(1996)2月2日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 吉田 修

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社
社研究所内

(72) 発明者 水野谷 博英

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社
社研究所内

(72) 発明者 志賀 章

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社
社研究所内

(74) 代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の製造方法並びにその製造装置

(57) 【要約】

【課題】 磁気記録媒体、特に鉄、炭素及び酸素を含む磁性層を有する磁気記録媒体の耐久性と耐食性を向上させる。

【解決手段】 支持体上に、Fe-C-O系磁性層と炭素系保護層とを、炭素濃度が徐々に変化する厚さ30~50Åの遷移領域を介して両者が融合するように形成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空雰囲気中を移動する支持体上に、イオンアシスト蒸着法により、鉄、炭素及び酸素を主成分として含む磁性層を形成する工程と、次いで該磁性層表面に炭素イオンを照射して該磁性層上に炭素系保護層を形成する工程とを含む磁気記録媒体の製造方法において、

前記磁性層の形成工程の終わりと前記保護層の形成工程の始めが部分的に重複すること特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】 (1) 真空チャンバと、(2) 該真空チャンバ内に配置された、支持体を搬送するキャンロールと、(3) 該キャンロールの下方に配設され、前記キャンロール上を搬送される支持体との間に鉄の蒸着領域を形成する蒸着手段と、(4) 前記蒸着領域中に炭素イオンを供給する第一の炭素イオン供給手段と、(5) 前記蒸着領域中に酸素ガスを供給する酸素ガス導入管と、(6) 支持体の搬送経路において前記キャンロール上を搬送される支持体との間に、前記鉄の蒸着領域よりも下流側で炭素イオン照射領域を形成するよう配置された第二の炭素イオン供給手段とを有し、

前記第二の炭素イオン供給手段は、前記炭素イオン照射領域が前記蒸着領域と部分的に重複するよう配置されることを特徴とする磁気記録媒体の製造装置。

【請求項3】 前記第一、第二の炭素イオン供給手段が、ECR プラズマCVD装置からなる請求項2記載の製造装置。

【請求項4】 前記蒸着手段が、前記冷却キャンロールに対して開口している鉄の収容容器、該収容容器中の鉄に電子ビームを照射するための電子ビーム発生装置を含む請求項2又は3記載の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気記録媒体の製造方法及びその製造装置に関する。より詳しくは、鉄、炭素及び酸素を含む磁性層を有する金属薄膜型の磁気記録媒体の製造方法及びそれに用いられる製造装置に関する。

【0002】

【従来の技術】磁気記録媒体、例えば磁気テープには、非磁性支持体であるフィルム上に磁性粉をバインダーに分散させた磁性塗料を塗布してなる塗布型テープと、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法等の乾式めっき法や無電解めっき等の湿式めっき法により、バインダーを全く含まない金属薄膜からなる磁性層を非磁性支持体上に形成する金属薄膜型テープとがある。そして、近年の磁気記録は高密度記録化の方向にあり、金属薄膜型テープは、磁性層にバインダーを含まないことから磁性材料の密度を高められるため、高密度記録に有望であるとされている。

【0003】ところで、真空蒸着法等によって非磁性支持体上に形成する磁性層用の磁性材料としては、従来では、Co系、Co-Ni系、Co-Cr系の強磁性合金が用いられている。しかしながら、Co、Ni、Crは共に価格が高い上に公害問題も有している。この点、Fe（金属鉄）は、価格が安く公害の安全性においても問題はないが、高記録密度に不可欠な保磁力が低く、また、耐蝕性が低いという欠点があり、Co-Ni系、Co-Cr系及びFeに代わる磁性層用材料が望まれている。加えて、記録密度を上げるため、テープとヘッドの接触相対速度は速くなる傾向がある。しかしながら現状では、金属薄膜型の磁性層については十分満足のゆく耐久性が得られていない。

【0004】このような状況から、磁性層を構成する金属の主体を低価格で環境汚染の心配のないFeとし、耐食性を有する磁性層を形成するために、Feの蒸着中に酸素、窒素、二酸化炭素、メタン等のガスやこれらの混合ガスをイオン化して照射する、いわゆるイオンアシストによる蒸着法により、Fe-C-O系、Fe-N-O系等の磁性膜を形成することが試みられている。

【0005】また、金属薄膜型の磁性層は支持体に金属が付着しているだけなので、そのままでは耐久性、耐食性が悪く、これを改善する目的で潤滑剤を塗布したり、或いは非磁性の保護層を設けたりすることが行われている。特に、保護層としては、ダイヤモンドライクカーボン等の炭素系保護層を形成することが注目されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、今日ではより厳しい条件下での使用がなされるようになってきており、前記のようなイオンアシスト法により形成された磁性層といえども十分な耐久性が達成されないことがある。また、ダイヤモンドライクカーボン等の炭素系保護層を形成した場合でも、磁性層との密着性が不十分となることがあり、所期の耐久性向上効果が得られないことがある。そこで本発明は、特にイオンアシスト法により形成された磁性層を有する磁気記録媒体の耐久性を更に向上させることを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、イオンアシスト蒸着により形成された鉄、炭素、酸素系の磁性層上に、特定の方法で炭素系保護層を形成することにより、磁気記録媒体の耐久性がより良好となることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち本発明は、真空雰囲気中を移動する支持体上に、イオンアシスト蒸着法により、鉄、炭素及び酸素を主成分として含む磁性層を形成する工程と、次いで該磁性層表面に炭素イオンを照射して該磁性層上に炭素系保護層を形成する工程とを含む磁気記録媒体の製造方法において、前記磁性層の形成工程の終わりと前記保護層の形成工程の始めが部分的に重複すること特徴とする磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。

ここで、「鉄、炭素及び酸素を主成分とする」とは、この三つ以外の元素を全く含まないか、或いはその他の元素を含んでいたとしても、その量が極めて微量であり、本発明所期の効果に影響しない程度の濃度であることを意味する。

【0009】また、本発明は、(1) 真空チャンバと、(2) 該真空チャンバ内に配置された、支持体を搬送するキャンロールと、(3) 該キャンロールの下方に配設され、前記キャンロール上を搬送される支持体との間に鉄の蒸着領域を形成する蒸着手段と、(4) 前記蒸着領域中に炭素イオンを供給する第一の炭素イオン供給手段と、(5) 前記蒸着領域中に酸素ガスを供給する酸素ガス導入管と、(6) 支持体の搬送経路において前記キャンロール上を搬送される支持体との間に、前記鉄の蒸着領域よりも下流側で炭素イオン照射領域を形成するよう配置された第二の炭素イオン供給手段とを有し、前記第二の炭素イオン供給手段は、前記炭素イオン照射領域が前記蒸着領域と部分的に重複するよう配置されることを特徴とする磁気記録媒体の製造装置を提供するものである。以下に、本発明について説明する。

【0010】〔本発明の製造方法〕本発明の製造方法は、真空雰囲気中でいわゆるイオンアシスト蒸着法により Fe-C-O 系磁性層を形成し、次いで該磁性層表面に炭素イオンを照射して該磁性層上に炭素系保護層を形成するものであり、磁性層の形成工程の終わりと保護層の形成工程の始めが部分的に重複すること特徴とする。磁性層と保護層は同一真空中で形成される。

【0011】〔本発明の製造装置〕本発明において、磁気記録媒体は、イオンアシスト蒸着用の炭素イオン供給手段と、保護層形成用の炭素イオン供給手段と、必要に応じて用いる酸素ガス導入手段とを具備する装置により製造される。

【0012】即ち、(1) 真空チャンバと、(2) 該真空チャンバ内に配置された、支持体を搬送するキャンロールと、(3) 該キャンロールの下方に配設され、前記キャンロール上を搬送される支持体との間に鉄の蒸着領域を形成する蒸着手段と、(4) 前記蒸着領域中に炭素イオンを供給する第一の炭素イオン供給手段と、(5) 前記蒸着領域中に酸素ガスを供給する酸素ガス導入管と、(6) 支持体の搬送経路において前記キャンロール上を搬送される支持体との間に、前記鉄の蒸着領域よりも下流側で炭素イオン照射領域を形成するよう配置された第二の炭素イオン供給手段とを有し、前記第二の炭素イオン供給手段は、前記炭素イオン照射領域が前記蒸着領域と部分的に重複するよう配置されることを特徴とする磁気記録媒体の製造装置である。第一、第二の炭素イオン供給手段は、ECR プラズマCVD 装置が好ましい。

【0013】蒸着手段は、冷却キャンロールに対して開口している鉄の収容容器（例えばルツボ）と該収容容器中の鉄に電子ビームを照射するための電子ビーム発生装

置を含むことができる。

【0014】本発明の製造装置によれば、第一の炭素イオン供給手段からは Fe-C-O 系磁性層を形成するための炭素イオンが供給され、第二の炭素イオン供給手段からは炭素系保護層を形成するための炭素イオンが供給されるが、第二の炭素イオン供給手段は、当該第二の炭素イオン供給手段により形成される炭素イオン照射領域が、鉄の蒸着領域と部分的に重複するように配置される。

【0015】また、該装置は、蒸着領域を規制する遮蔽板、搬送手段として支持体の巻出ロールや巻取ロールなど、公知のイオンアシスト蒸着装置に準じた構成要素を具備することができる。

【0016】

〔発明の実施の形態〕上記の方法及び装置により製造される本発明の磁気記録媒体は、支持体と、該支持体上に形成された鉄、炭素及び酸素を主成分として含む磁性層と、該磁性層上に形成された炭素系保護層とを有する磁気記録媒体において、前記磁性層と前記保護層とが、炭素濃度が徐々に変化する厚さ $30\sim 50\text{Å}$ の遷移領域を介して融合していることを特徴とするものである。

【0017】本発明の磁気記録媒体は、 Fe-C-O 系磁性層と炭素系保護層とが遷移領域を介して融合しているものである。本発明の磁気記録媒体は、磁性層と炭素系保護層との明確な境界はないが、炭素濃度が徐々に変化する厚さ $30\sim 50\text{Å}$ の遷移領域を介して両層が融合していることを特徴とするものであり、これにより磁性層と炭素系保護層の結着性が向上し、磁気記録媒体の耐久性がより向上する。本発明の磁気記録媒体においては、まず、 Fe-C-O 系磁性層中から保護膜への遷移領域中では炭素濃度は表層に向かう（支持体から遠ざかる）につれて徐々に増加し、表層に近づくにつれて炭素濃度が一定となり、炭素を主体とする薄膜となり、保護層として機能することができる。

【0018】 Fe-C-O 系磁性層の厚さは $200\sim 10000\text{Å}$ が好ましく、より好ましくは $400\sim 4000\text{Å}$ である。また、該磁性層中の Fe 、 C 、 O 濃度（原子%）は、 $\text{Fe}:\text{C}:\text{O}=50\sim 90:3\sim 40:3\sim 40$ の範囲である。また炭素系保護層の厚さは $20\sim 200\text{Å}$ が好ましく、より好ましくは $50\sim 150\text{Å}$ である。

【0019】本発明の磁気記録媒体の製造方法を図1により説明する。図1中、1は真空チャンバ、2は巻出ロール、3は巻取ロール、4は冷却キャンロール、5はフィルム、6は第一の炭素イオン供給手段、7は酸素導入管、8は第二の炭素イオン供給手段、9は電子銃、10はルツボ、11はフィルム5への蒸着範囲を規制するための遮蔽板である。真空チャンバ1内は、図示しない真空系により真空状態が維持されている。フィルム5は、巻出ロール2から円筒状のキャンロール4を経て巻取ロール3に巻取られる。キャンロール4の下方には、ルツボ

(例えばMgO 製) 10が置かれ、この中に鉄(例えば純度99.95%のFe)が収容され、このルツボ10内のFe面に対して電子銃9から電子ビームを照射する。これにより、Feを加熱気化させる。Feの蒸着時には、フィルム5の蒸着面に対して垂直方向に炭素イオンが照射されるように第一の炭素イオン供給源6を配置する。図1では、炭素イオン供給手段としてECR プラズマCVD 装置が用いられている。ECR プラズマCVD 装置は、原料ガスにマイクロ波を印加してガスをプラズマ化し活性種(イオン、ラジカル)を発生させて目的物に薄膜を形成する装置であり、イオン銃としても使用できる。該ECR プラズマCVD 装置6に炭素源となるガス、例えばメタン等を供給し炭素イオンを生成させてこれを蒸着領域内に供給し、また酸素ガス導入管7から酸素ガスを蒸着領域内に供給し、フィルム上にFe-C-O系磁性層を形成する。その際、第二の炭素イオン供給源であるECR プラズマCVD 装置8により前記と同様に炭素源となるガスを供給し炭素イオンを生じせしめ、前記磁性層の蒸着領域の終わり(即ち磁性層の形成工程の終わり)と部分的に重複するように炭素イオンの一部を供給する。これにより、本発明の特徴である磁性層と保護層が融合した磁気記録媒体が得られる。

【0020】支持体の材料としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレートのようなポリエステル;ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィン;セルローストリアセテート、セルロースジアセテート等のセルロース誘導体;ポリカーボネート;ポリ塩化ビニル;ポリイミド;芳香族ポリアミド等のプラスチック等が使用される。これらの基材の厚さは3~50 μ m程度である。

【0021】炭素系保護層上には、厚さ2~50Å程度の潤滑層、特にパーフルオロポリエーテル等のフッ素系潤滑剤からなる潤滑層を形成するのが好ましく、磁性層が形成される面と反対の面には、更にカーボンブラックを主成分とする厚さ0.1~1.0 μ m程度のバックコート層等を設けてもよい。これらの層を形成する原料は従来公知のものが適宜使用できる。また、バックコート層は、Cu-Al合金等の金属を蒸着させて形成してもよい。

【0022】

【実施例】以下実施例にて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0023】実施例1

(1) 磁気記録媒体の製造

PET フィルム上に、Fe-C-O系の磁性層を形成し、更に炭素系保護層、潤滑層及びバックコート層を形成し、磁気フィルムを製造した。各層の形成条件等は以下の通りである。図1に示すイオンアシスト斜め蒸着装置に厚さ6 μ mのPET フィルム5をセットし、毎分2mの速度で走行させながら、電子銃8を作動させて(出力30kW)ルツボ10内の鉄を蒸発させ、PET フィルム5上に鉄粒子

を蒸着させると共に、内部に875Gの磁場を持つECR プラズマCVD 装置6に、400W、2.45GHzのマイクロ波を導入し、且つ該装置6にメタンガスを供給し(流量40SCCM)、炭素イオンを生成せしめPET フィルム5の鉄蒸着領域に向けて炭素イオンを照射し、更に酸素ガス導入管7より酸素ガスを鉄蒸着領域に通気(流量20SCCM)させる。また、内部に875Gの磁場を持つ ECRプラズマCVD 装置8に、600W、2.45GHzのマイクロ波を導入し、且つ該装置8にベンゼンを供給し(流量15SCCM)、炭素イオンを生成せしめ、鉄蒸着領域の終わり(磁性層の形成工程の終わり)の部分に炭素イオンの一部が供給されるように照射した。このようにして、Fe-C-O系磁性層と炭素系保護層が遷移領域を介して融合した薄膜を形成した。

【0024】その後、パーフルオロポリエーテル(FOMBLIN Z DOL、モンテカチーニ社製)をフッ素系不活性液体(フロリナート FC-77、住友スリーエム株式会社製)に0.05重量%となるように希釈、分散させた塗料をダイコーティング方式により、乾燥膜厚が15Åとなるように保護層上に塗布し、105℃で乾燥させて潤滑層を形成した。また、PET フィルムの磁性層面とは反対の面に、平均粒径10~20nmのカーボンブラックをウレタンプレポリマーと塩化ビニル系樹脂とのバインダー樹脂中に分散させてなるバックコート用の塗料を、ダイコーティング方式により、乾燥膜厚0.5 μ mとなるように塗布し、乾燥してバックコート層を形成した。上記により、Fe-C-O系磁性層、保護層、潤滑剤層及びバックコート層が形成されたフィルムを8mm幅に裁断し、8mmVTR 用カセットケースに装填して8mmビデオテープを得た。

【0025】(2) 性能評価

上記で得られた8mmビデオテープについて、そのスチル耐久性と耐食性を以下の方法で評価した。その結果を表1に示す。なお、表2に該磁気テープの膜厚(ベースフィルム上の全厚)、保磁力及び飽和磁束密度を示した。

①スチル耐久性

スチル耐久性は、市販のハイバンド8mmVTR を改造し、10MHz 出力を試験スチル再生モード10時間行う前後で比較した時の出力の低下(dB)で評価した。

②耐食性

耐食性は、8mmビデオテープを60℃、90%RHの条件下で1週間保存した後の飽和磁束密度(Bs)の劣化率(%)で評価した。

【0026】比較例1

実施例1において第二の炭素イオン供給手段であるECR プラズマCVD 装置8を作動させずに実施例1と同様にしてPET フィルム上にFe-C-O系磁性層を形成した。次いで、この磁性層上に、図2のECR プラズマCVD 装置(内部磁場875G)8'に、600W、2.45GHzのマイクロ波を導入し、且つ該装置にベンゼンを供給し(流量15SCCM)、炭素イオンを生成せしめ、磁性層上に炭素系保護

層を形成した。その他は実施例1と同様にして磁気フィルムを製造し、実施例1と同様の評価を行なった。その結果を表1に示す。なお、表2に該磁気テープの膜厚（ベースフィルム上の全厚）、保磁力及び飽和磁束密度を示した。

【0027】

【表1】

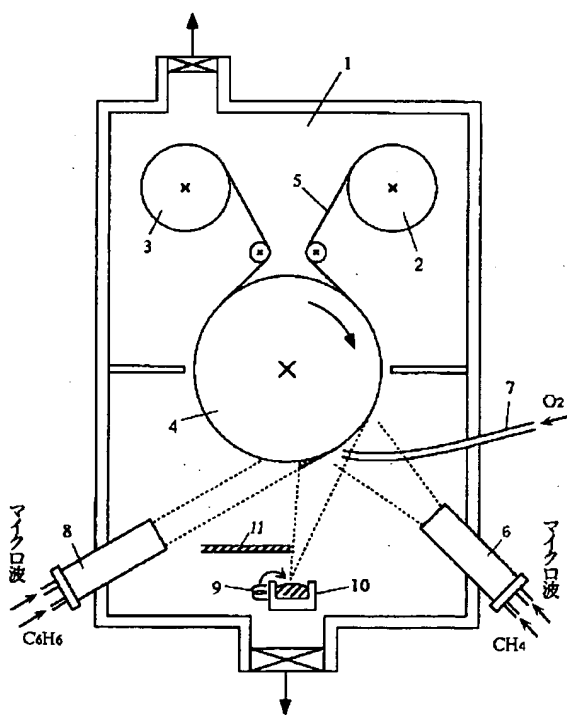
	1/f _h 耐食性	耐食性
実施例1	-0.1 dB	2%
比較例1	-6.0 dB	5%

【0028】

【表2】

	膜厚 (Å)	保磁力 (Oe)	飽和磁束密度 (G)
実施例1	1850	1580	6500
比較例1	1870	1590	6300

【図1】



【0029】上記の結果から、実施例1の磁気テープも比較例1の磁気テープも磁気特性はほぼ同等であるが、実施例1では耐久性、耐食性がより向上していることがわかる。

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、鉄-炭素-酸素系の磁性層を有する磁気記録媒体の耐久性と耐食性が向上する。

【図面の簡単な説明】

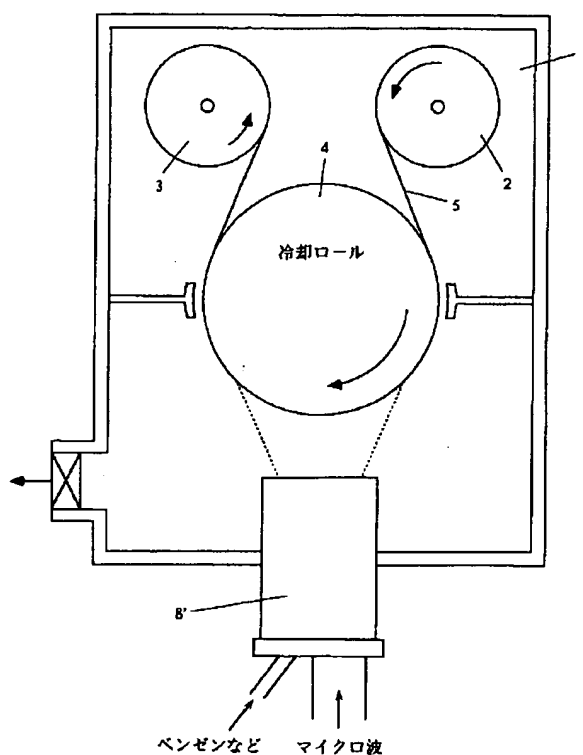
【図1】本発明の磁気記録媒体を製造する装置の一例を示す略図

【図2】 ECR プラズマCVD 装置の一例を示す略図

【符号の説明】

- 1 真空チャンバ
- 5 支持体
- 6 第一のECR プラズマCVD 装置
- 7 酸素ガス導入管
- 8 第二のECR プラズマCVD 装置

【図2】



This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.